(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-80550

(43)公開日 平成5年(1993)4月2日

(51)Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

G 0 3 G 5/06

3 1 2

8305-2H

審査請求 未請求 請求項の数5(全62頁)

(21)出願番号

特願平3-243125

(22)出願日

平成3年(1991)9月24日

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 三島 雅之

和歌山市西浜1450

(72)発明者 山崎 晴正

和歌山市松ケ丘1丁目7-19

(72)発明者 冨樫 博靖

和歌山市西浜1450

(72)発明者 青木 克敏

和歌山市西浜1130

(74)代理人 弁理士 古谷 馨 (外3名)

(54) 【発明の名称】 電子写真感光体

(57)【要約】

【目的】 高感度、高耐久性の電子写真感光体を提供する。

【構成】 導電性支持体上に設けた感光層中に、一般式 (1)

【化1】



(式中、Ar₁, Ar₂, Ar₃ は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表す。)で示されるトリアリールアミン骨格を1個又は2個以上有し、かつ該アリール基の少なくとも1つが式 ー(CH₂)_mーCOOR(Rは置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を表し、mは1以上6以下の整数を表す。)で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されたトリアリールアミン系化合物を含む電子写真感光体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 導電性支持体上に設けた感光層中に、一 般式(1)

【化1】

$$\begin{array}{c}
Ar_1 \\
N \\
Ar_2 \\
Ar_4
\end{array}$$
(1)

(式中、Ar₁, Ar₂, Ar₃ は同一もしくは相異なって、置 換されていてもよいアリール基を表す。)で示されるト

$$\frac{Ar_4}{Ar_5}N - Ar_6$$

Ar₄、Ar₅、Ar₆は同一もしくは相異なって、置 換されていてもよいアリール基を表し、かつ該アリール 基の少なくとも1つは式 $-(CH_2)_m - COOR(R$ 及び mは 前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレンカル ボン酸エステル基で置換されている。)

(式中、Ar₇, Ar₈, Ar₁₀, Ar₁₁は前一もしくは相異なっ て、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該ア リール基の少なくとも1つは式 -(CH₂)_m-COOR(R 及 び mは前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレ ンカルボン酸エステル基で置換されている。Arg は置換

【請求項4】 トリアリールアミン系化合物が、一般式 (4) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感 光体。

【化4】

って、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該 アリール基の少なくとも1つは式ー(CH₂)_mーCOOR(R 及 び mは前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレ ンカルボン酸エステル基で置換されている。Ar₁₄, Ar₁₅ は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリ

【請求項5】 トリアリールアミン系化合物が、一般式 (5) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感 光体。

【化5】

(式中、Ar₁₈, Ar₁₉, Ar₂₂, Ar₂₃は同一もしくは相異な って、置換されていてもよいアリール基を表し、かつ該 アリール基の少なくとも 1 つは式ー(CH₂)_mーCOOR(R 及 び mは前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレ ンカルボン酸エステル基で置換されている。Ar₂₀, Ar₂₁ は同一もしくは相異なって、置換されていてもよいアリ ーレン基を表す。Xは酸素原子、硫黄原子、-CH2-又は ーCH=CHーを表す。)

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は電子写真感光体に関する ものである。更に詳しくは特定のトリアリールアミン系 化合物を含む高感度、高耐久性の電子写真感光体に関す るものである。

[0002]

【従来の技術】近年、電子写真方式を用いた複写機、プ リンターの発展は目覚ましく、用途に応じて様々な形 態、種類、機能の機種が開発され、それに対応してそれ らに用いられる感光体も多種多様のものが開発されつつ ある。従来、電子写真感光体としては、その感度、耐久

リアリールアミン骨格を1個又は2個以上有し、かつ該 アリール基の少なくとも1つが式 $-(CH_2)_m - COOR(R)$ は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基又は アリール基を表し、m は1以上6以下の整数を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステル基で置換され たトリアリールアミン系化合物を含むことを特徴とする 電子写真感光体。

【請求項2】 トリアリールアミン系化合物が、一般式 (2) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感 光体。

【化2】

(2)

【請求項3】 トリアリールアミン系化合物が、一般式 (3) で示される化合物である請求項1記載の電子写真感 光体。

性の面から無機化合物が主として用いられてきた。例えば酸化亜鉛、硫化カドミウム、セレン等を挙げることができる。しかしながら、これらは有害物質を使用している場合が多く、その廃棄が問題となり、公害をもたらす原因となる。また、感度が良好なセレンを用いる場合、蒸着法等により導電性基体上に薄膜を形成する必要があり、生産性が劣り、コストアップの原因となる。近年、無公害性の無機感光体としてアモルファスシリコンが活ら、これらも感度については優れているが、薄膜形成時において、主にプラズマCVD法を用いるため、その生産性は極めて劣っており、感光体コスト、ランニングコストとも大きなものとなっている。

【0003】一方、有機感光体は、焼却が可能であり、 無公害の利点を有し、更に多くのものは塗工により薄膜 形成が可能で大量生産が容易である。それ故にコストが 大幅に低減でき、また用途に応じて様々な形状に加工す ることができるという長所を有している。しかしなが ら、有機感光体においては、その感度、耐久性に問題が 残されており、高感度、高耐久性の有機感光体の出現が 強く望まれている。有機感光体の感度向上の手段として 様々な方法が提案されているが、現在では電荷発生層と 電荷輸送層とに機能が分離した主に二層構造の機能分離 型感光体が主流となっている。例えば、露光により電荷 発生層で発生した電荷は、電荷輸送層に注入され、電荷 輸送層中を通って表面に輸送され、表面電荷を中和する ことにより感光体表面に静電潜像が形成される。機能分 離型は単層型に比して発生した電荷が捕獲される可能性 が小さくなり、各層がそれぞれの機能を阻害されること なく、効率よく電荷が感光体表面に輸送され得る(アメ リカ特許第2803541 号)。電荷発生層に用いられる有機 電荷発生材としては、照射される光のエネルギーを吸収 し、効率よく電荷を発生する化合物が選択使用されてお り、例えば、アン顔料(特開昭54-14967号公報)、無 金属フタロシアニン顔料(特開昭60-19146号公報)、 金属フタロシアニン顔料(特開昭57-146255号公報)、 スクエアリウム塩(特開昭63-113462号公報)等を挙げ ることができる。電荷輸送層に用いられる電荷輸送材と しては電荷発生層からの電荷の注入効率が大きく、更に 電荷輸送層内での電荷の移動度が大である化合物を選定 する必要がある。そのためには、イオン化ポテンシャル が小さい化合物、カチオンラジカルが発生し易い化合物 が選ばれ、例えば、トリアリールアミン誘導体(特開昭) 58-123542号公報)、ヒドラゾン誘導体(特開昭57-10 1844号公報)、オキサジアゾール誘導体(特公昭34-54 66号公報)、ピラゾリン誘導体(特公昭52-4188号公 報)、スチルベン誘導体(特開昭58-198043号公報)、 トリフェニルメタン誘導体(特公昭45-555 号公報)、 1,3 ーブタジエン誘導体(特開昭62-287257号公報)等 が提案されている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記の ごとくこれら有機感光体は無機感光体に比較すると、感 度、耐久性の点においてまだまだ満足できるものではな い。感度は、電荷発生層での電荷発生効率、電荷発生層 から電荷輸送層への電荷注入効率、そして電荷輸送層で の電荷移動度により支配される。そこで、電荷発生効率 の高い電荷発生材及び電荷移動度の大きい電荷輸送材の 開発が盛んに行われている。それに対し、注入効率につ いてはほとんど検討改良されていないのが実状である。 この注入効率は高電場域で高くても50%、低電場域では 10%以下であり、この注入効率を高くすることにより、 さらに一層の髙感度化が可能と考えられる。一般に電荷 発生層から電荷輸送層へ正孔を効率よく注入するために は、電荷輸送材のイオン化ポテンシャルを電荷発生材の それよりも小さくしてエネルギー障壁を無くす必要があ る。しかしながら、この条件が満足されている場合で も、注入効率が低い場合が多い。その原因として、一つ は電荷輸送層に用いられる電荷輸送材又は結着剤の部分 的な微結晶が障壁になることが考えられる。また一つ は、電荷発生層と電荷輸送層の界面欠陥による障壁が挙 げられる。これらは、電荷発生層と電荷輸送層の密着 性、接着性の悪さ、塗工後の乾燥時に生じるモルホロジ 一的な欠陥、使用時における物理的な刺激(トナー、 紙、クリーニングプレードとの接触)や電場による刺激 による結晶化等が原因として考えられる。

【0005】これらを解決する方法としては、より結晶性が低く相溶性の優れた電荷輸送材、結着剤の使用や接着性、密着性の優れた電荷輸送材、結着剤の選択が考えられる。しかしながら、今までそのような目的で開発された材料は、特殊なポリカーボネート結着剤を除いて、ほとんどない。また、耐久性の問題においても同様のの界面に何らかの障壁が存在すると、そこに空間電荷が蓄積し、残留電位の上昇や、感光体表面電位の不安定と引き起こすことになる。またこの空間電荷の蓄積により、電荷輸送材の劣化を招き、連続使用に耐え得ないものとなる。この空間電荷を解消する方法として、上記と同じ手段が有効と考えられる。本発明の目的は、まさにこの点にあり、かかる課題を解消するものとして高感度、高耐久性の電子写真感光体を提供することにある。

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意研究の結果、電荷輸送材として、特定のアルキレンカルボン酸エステル基を有するトリアリールアミン系化合物が結晶性が低く、結着剤との相溶性に優れており、また、これを用いた電荷輸送層は電荷発生層との接着性がよいことを見出し、本発明を完成するに到った。すなわち本発明は、導電性支持体上に設けた感光層中に、一般式(1)

[0007] 【化6】



【0008】 (式中、Ar₁, Ar₂, Ar₃ は同一もしくは相 異なって、置換されていてもよいアリール基を表す。) で示されるトリアリールアミン骨格を1個又は2個以上 有し、かつ該アリール基の少なくとも1つが式 一(C)

異なって、置換されていてもよいアリール基を表し、か つ該アリール基の少なくとも1つは式 -(CH₂)_m-COOR (R 及びm は前記と同様の意味を表す。) で示されるア

H₂)_m-COOR(R は置換されていてもよいアルキル基、ア ラルキル基又はアリール基を表し、m は1以上6以下の 整数を表す。) で示されるアルキレンカルボン酸エステ ル基で置換されたトリアリールアミン系化合物を含むこ とを特徴とする電子写真感光体を提供するものである。 本発明で用いられるトリアリールアミン系化合物として は、下記一般式(2)~(5)で示される化合物が挙げられ る。

[0009] 【化7】

 Ar_4 N-Ar₆ (2) Ar_5 (2) Ar_5 (2) Ar_6 ルキレンカルボン酸エステル基で置換されている。)

[0011]

【化8】

$$Ar_9$$
 N $- Ar_9$ N $- Ar_9$ N $- Ar_9$ (3) Ar_{11} る。 Ar_9 は置換されていてもよいアリーレン基を表

くは相異なって、置換されていてもよいアリール基を表 し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式 -(CH₂)_m -COOR(R 及びm は前記と同様の意味を表す。) で示さ れるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されてい

す。)

[0013]

【化9】

しくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を 表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式ー(CH2)m -COOR(R 及びm は前記と同様の意味を表す。) で示さ れるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されてい

いてもよいアリーレン基を表す。)

[0015]

【化10】

【0016】(式中、Ar₁₈, Ar₁₉, Ar₂₂, Ar₂₃は同一も しくは相異なって、置換されていてもよいアリール基を 表し、かつ該アリール基の少なくとも1つは式ー(CH2)m -COOR(R 及びm は前記と同様の意味を表す。) で示さ れるアルキレンカルボン酸エステル基で置換されてい る。Ar₂₀、Ar₂₁は同一もしくは相異なって、置換されて いてもよいアリーレン基を表す。Xは酸素原子、硫黄原 子、 $-CH_2-又は-CH=CH-を表す。) 前記一般式(1)$ \sim (5) において、 Ar_1 , Ar_2 , Ar_3 , Ar_4 , Ar_5 , Ar_6 , Ar_7 , $Ar_{8}, Ar_{10}, Ar_{11}, Ar_{12}, Ar_{13}, Ar_{16}, Ar_{17}, Ar_{18}, Ar_{18}$ 19, Ar₂₂, Ar₂₃は同一もしくは相異なって、置換されて もよいアリール基を示すが、アリール基としてはフェニ

ル、ナフチル、アンスラニル等の基が例示され、好まし くはフェニル基、ナフチル基である。アリール基は置換 されていてもよいが、置換基としては通常、アルキル 基、アルコキシ基等が挙げられ、メチル基、エチル基、 メトキシ基、エトキシ基が好ましい。また一分子中の少 なくとも1つのアリール基は式ー(CH₂)_mーCOOR (R 及び m は前記と同様の意味を表す。) で示されるアルキレン カルボン酸エステル基で置換されているが、好ましくは 一分子中の1個のアリール基が上記アルキレンカルボン 酸エステル基で置換されている。R は置換されていても よいアルキル基、アラルキル基又はアリール基を示す が、アルキル基としては、炭素数1~8の直鎖もしくは

分岐のアルキル基が好ましく、具体的にはメチル、エチ ル、nープロピル、イソプロピル、nープチル、イソブ チル、tーブチル、nーペンチル、nーヘキシル、nー ヘプチル、nーオクチル等の基が挙げられ、好ましくは メチル、エチル、nープロピル、イソプロピル、nープ チル基である。このアルキル基は置換されていてもよい が、置換基としては通常、アルコキシ基が挙げられ、好 ましくは、メトキシ基、エトキシ基である。R がアラル キル基である場合、アリール基部分が無置換もしくはア ルキル基、アルコキシ基等で置換されたフェニル、ナフ チル、アンスラニル等の基が挙げられ、アルキレン部分 としては、炭素数1~4のものが挙げられ、好ましくは メチレンである。具体的にはベンジル、p-メチルベン ジル、mーメチルベンジル等の基が挙げられる。R がア リール基である場合には、無置換もしくはアルキル基、 アルコキシ基等で置換されたフェニル、ナフチル、アン スラニル等の基が挙げられ、好ましくはフェニル基であ る。m は1以上6以下の整数であるが、好ましくは1で ある。Ar₉, Ar₁₄, Ar₁₅, Ar₂₀, Ar₂₁ は同一もしくは相 異なって、置換されてもよいアリーレン基を示すが、ア リーレン基としてはフェニレン基、ナフチレン基、アン

スラニレン基等が例示され、好ましくはフェニレン基、 ナフチレン基である。置換基としては通常、アルキル 基、アルコキシ基等が挙げられ、メチル基、エチル基、 メトキシ基、エトキシ基が好ましい。

【0017】本発明で用いられるトリアリールアミン系化合物は公知の方法で合成することができる。例えば、まずハロゲノメチルトリアリールアミン系化合物をグリニャール化し、二酸化炭素と反応せしめてメチレンルボン酸(酢酸)誘導体とする。その後、対応するアルコールと反応せしめエステル化すればよい。以上のようにして得られる本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物は、結晶性が低く、また溶剤、結着剤との相溶性は非常に優れたものである。さらに、一(CH₂)_mーCOORで置換されていないトリアリールアミン系化合物と比較である。そのために、高感度、高耐久性の電子写真感光体を与えるものである。以下、本発明に用いられるトリアリールアミン系化合物を具体的に例示するが(化合物(6)~(233))、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0018]

【化11】

[0019]

[0020]

[0021]

[0022]

[0023]

[0024]

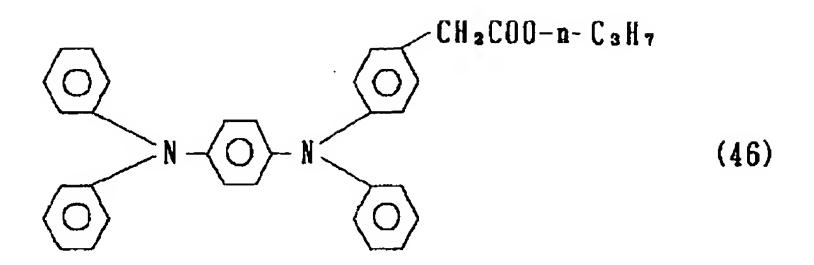
-12-

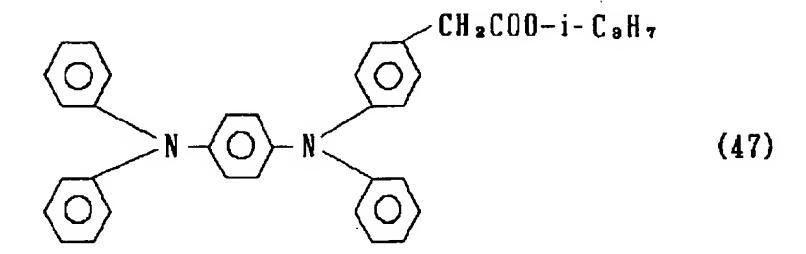
【化18】

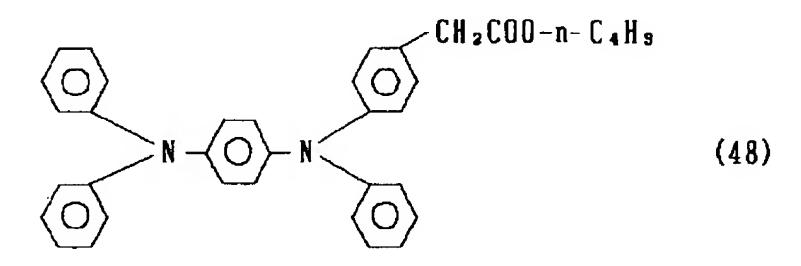
[0025]

(40)

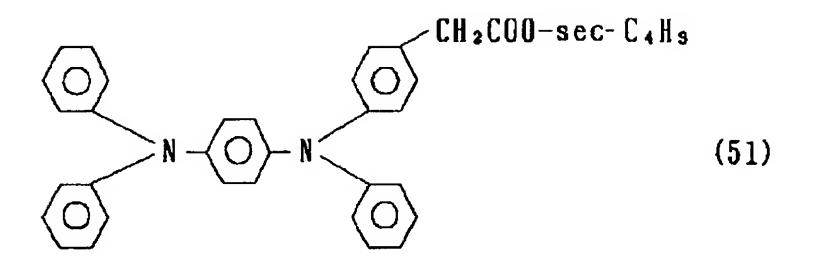
[0026]

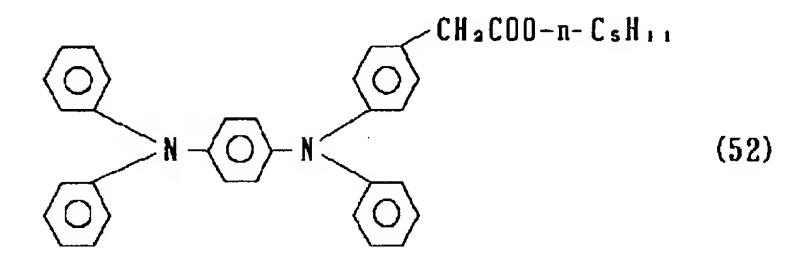


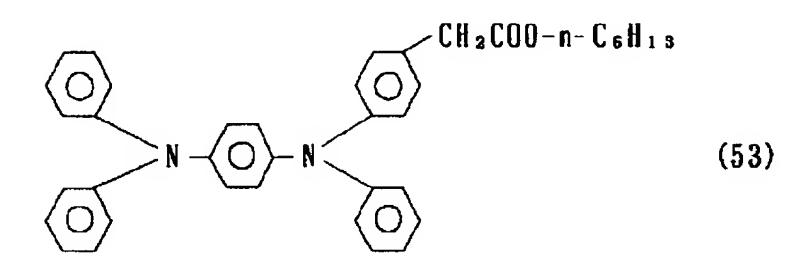


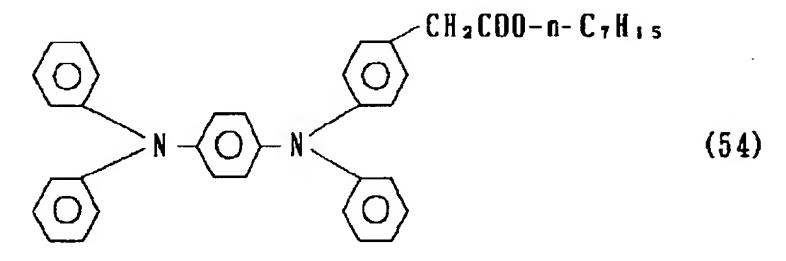


[0027]

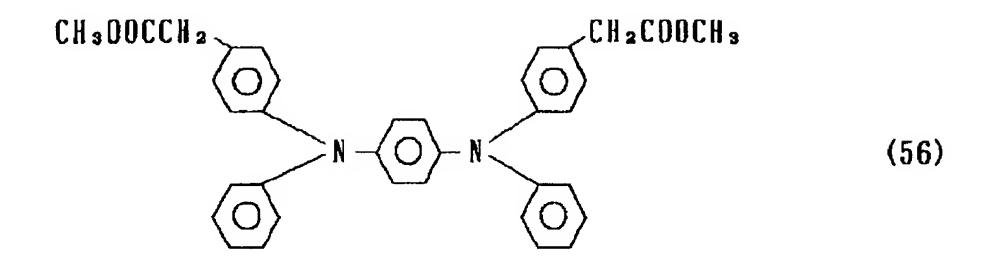






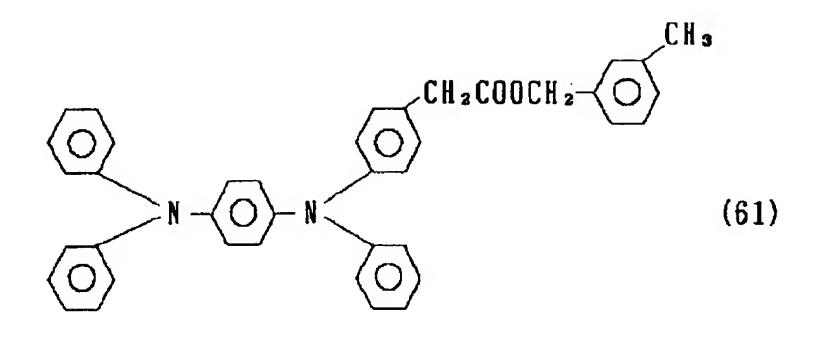


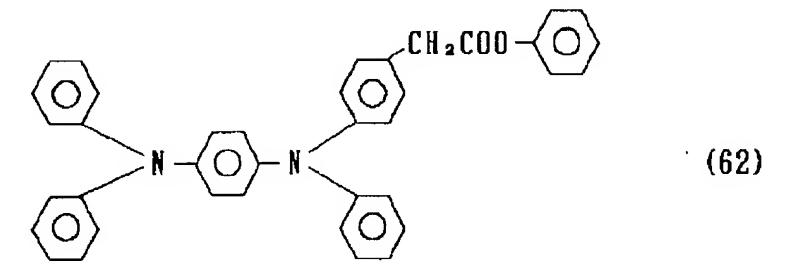
[0028]



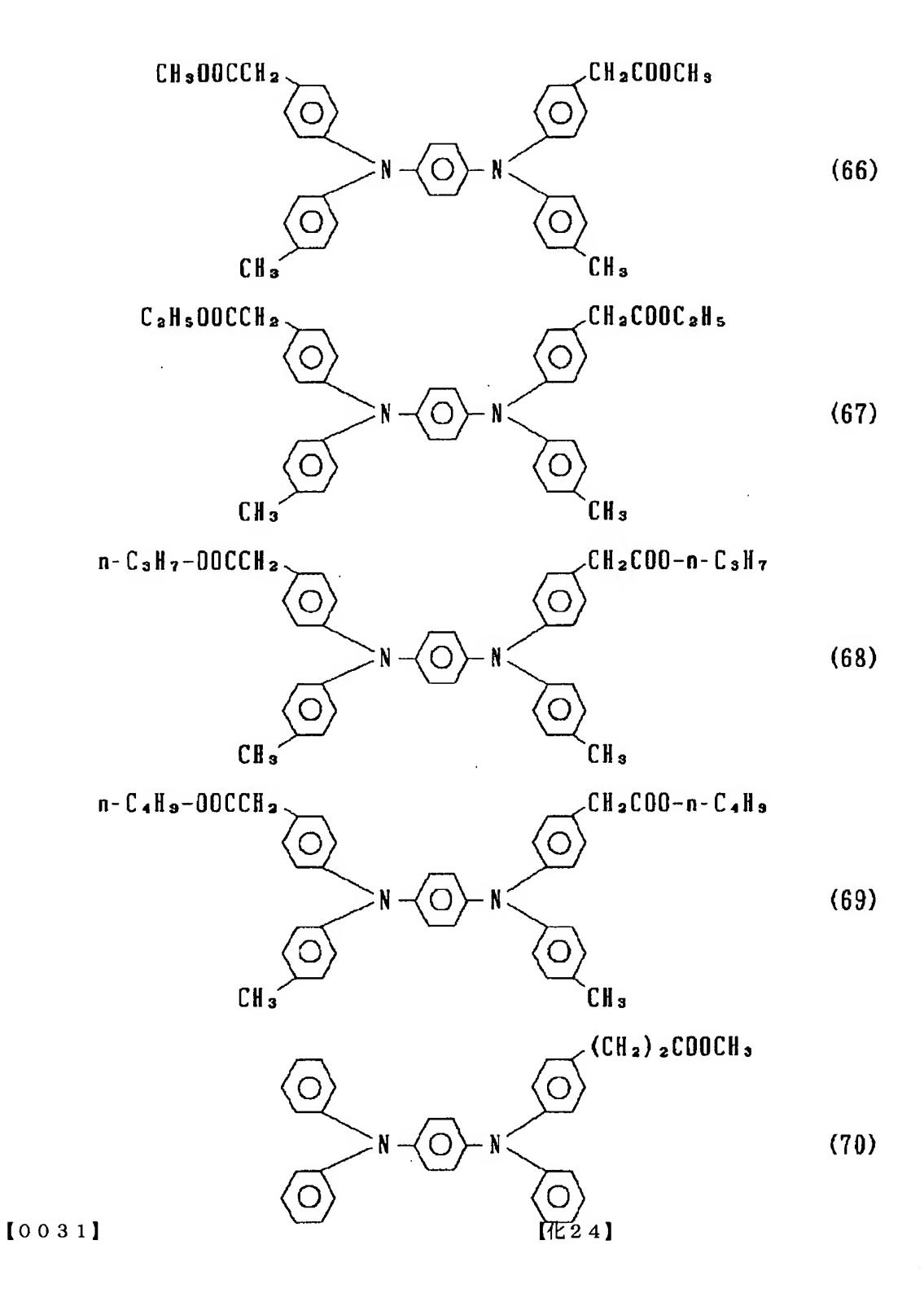
$$\begin{array}{c|c} n-C_3H_7-00CCH_2 & CH_2COO-n-C_3H_7 \\ \hline \\ N-O-N & O\end{array} \tag{58}$$

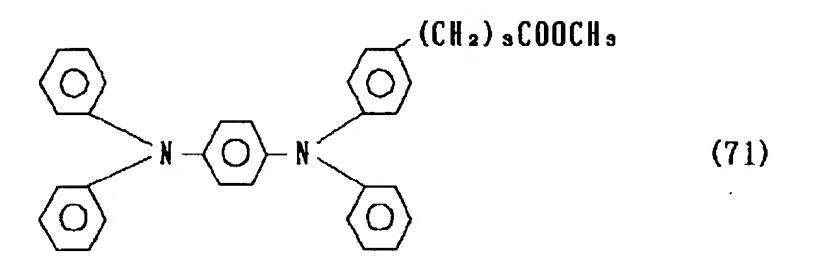
[0029]



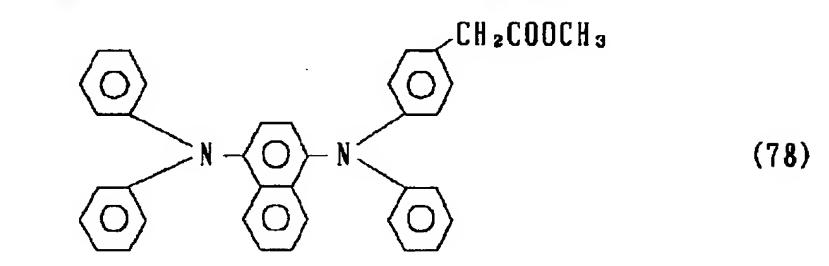


$$\begin{array}{c|c} & & & \\ \hline \bigcirc & & \\ \hline \end{array}$$



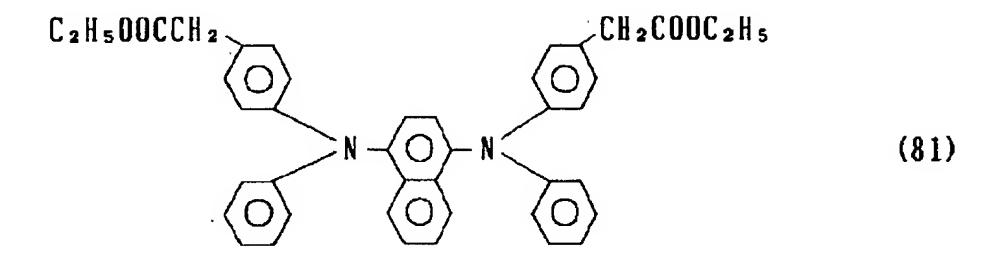


[0032]



$$\begin{array}{c|c} CH_2COOC_2H_5 \\ \hline O \\$$

[0033]



[0034]

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-i-C_4H_9 \\ \hline \\ O \\ \hline \\ O \\ \end{array}$$

[0035]

$$\begin{array}{c|c} & & & \\ &$$

[0037]

[0038]

[0040]

[0041]

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-i-C_3H_7 \\ \hline \\ N-O-S-O-N \\ \hline \\ O \end{array} \tag{123}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2C00-n-C_4H_9 \\ \hline \\ N-O-S-O-N \\ \hline \\ O \end{array}$$

[0042]

[0043]

[0044]

-33-

[0047]

[0048]

[0049]

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-i-C_4H_9 \\ \hline O \\ N-O \\ \hline O \\ \end{array}$$

[0050]

$$\begin{array}{c|c} CH_2C00-n-C_7H_{15} \\ \hline \\ O \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2C00-n-C_7H_{15} \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} (168) \\ \hline \end{array}$$

[0051]

[0052]

$$\begin{array}{c|c} CH_2CDO - O - CH_3 \\ \hline O \\ N - O - CH_2 - O - N \\ \hline O \\ \end{array}$$

$$(177)$$

[0053]

[0056]

$$\begin{array}{c|c} CH_{2}COOCH_{3} \\ \hline \\ N-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_{2}COOCH_{3} \\ \hline \end{array}$$

$$(196)$$

$$\begin{array}{c} CH_2COOC_2H_5 \\ \hline \\ O \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$CH_2COOC_2H_5 \\ (197)$$

$$\begin{array}{c} CH_{2}COO-n-C_{8}H_{7} \\ \hline \\ N-O-CH=CH-O-N \\ \hline \\ O \end{array}$$

$$(198)$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-i-C_3H_7 \\ \hline O \\ N-O \\ \hline CH=CH-O \\ \hline O \\ \hline (199) \\ \hline \end{array}$$

[0057]

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-n-C_4H_9 \\ \hline \\ N-O \\ \hline \\ O \end{array}$$

$$\begin{array}{c} CH_{2}C00-t-C_{4}H_{9} \\ \hline \\ N-O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c} CH_{2}C00-t-C_{4}H_{9} \\ \hline \\ (201) \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2C00-i-C_4H_9 \\ \hline \\ N-O-CH=CH-O-N \\ \hline \\ O \end{array}$$

$$(202)$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-sec-C_4H_9 \\ \hline \\ N-O \\ \hline \\ O \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} & \text{CH}_2\text{COO-n-C}_5\text{H}_{11} \\ \hline \\ & \text{N-O}-\text{CH=CH-O}-\text{N} \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} & \text{CH}_2\text{COO-n-C}_5\text{H}_{11} \\ \hline \\ & \text{(204)} \\ \hline \end{array}$$

[0058]

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-n-C_6H_{13} \\ \hline \\ O \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-n-C_6H_{13} \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-n-C_6H_{13} \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_2COO-n-C_6H_{13} \\ \hline \\ O \\ \hline \end{array}$$

$$\begin{array}{c|c} CH_{2}C00-n-C_{7}H_{1}s \\ \hline \\ N-O \\ \hline \\ O \end{array}$$

[0060]

$$\begin{array}{c|c} & & & & \\ \hline \bigcirc & & & \\ \hline & & \\ \hline$$

[0061]

[0062]

【化55】

【0064】これらの化合物は、多くの溶剤に可溶であり、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン、テトラリン、クロロベンゼン等の芳香族系溶剤;ジクロロメタン、クロロホルム、トリクロロエチレン、テトラクロロエチレン、四塩化炭素等のハロゲン系溶剤;酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、ギ酸メチル、ギ酸エチル等のエステル系溶剤;ジエチルエーテル、ジプロピルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等のエーテル系溶剤;メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール系溶剤;ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等に可溶である。

【0065】電子写真感光体を作製するにあたっては、例えば、導電性支持体上に電荷発生層及び電荷輸送層を 薄膜状に形成せしめる。導電性支持体の基材としては、 アルミニウム、ニッケル等の金属、金属蒸着高分子フィ ルム、金属ラミネート高分子フィルム等を用いることが でき、ドラム状、シート状又はベルト状の形態で導電性

【0066】電荷発生層は、電荷発生材及び必要に応じ て結合剤、添加剤よりなり、蒸着法、プラズマCVD 法、塗工法等の方法で作製することができる。電荷発生 材としては、特に限定されることはなく、照射される特 定の波長の光を吸収し、効率より電荷を発生し得るもの なら有機材料、無機材料のいずれも好適に使用すること ができるが、無機材料の場合は前記の如く、公害の問題 や経済性に問題があるため、かかる観点において有機材 料を用いることが好ましい。有機電荷発生材としては、 例えばペリレン顔料、多環キノン系顔料、無金属フタロ シアニン顔料、金属フタロシアニン顔料、ビスアゾ顔 料、トリスアゾ顔料、チアピリリウム塩、スクエアリウ ム塩、アズレニウム顔料等が挙げられ、これらは主とし て結合剤中に分散せしめ、塗工により電荷発生層を形成 することができる。無機電荷発生材としては、セレン、 セレン合金、硫化カドミウム、酸化亜鉛、アモルファス シリコン、アモルファスシリコンカーバイド等が挙げら れる。形成された電荷発生層の膜厚は 0.1乃至 2.0μm

が好ましく、更に好ましくは 0.1乃至 1.0μm である。 【0067】次に該電荷発生層の上部に、本発明にかか わるトリアリールアミン系化合物を含む電荷輸送層を薄 膜状に形成せしめる。薄膜形成法としては、おもに塗工 法が用いられ、本発明にかかわるトリアリールアミン系 化合物を、必要に応じて結合剤とともに溶剤に溶解し、 電荷発生層上に塗工せしめ、その後乾燥させればよい。 用いられる溶剤としては、上記の化合物及び必要に応じ て用いられる結合剤が溶解し、かつ電荷発生層が溶解し ない溶剤なら特に限定されることはない。必要に応じて 用いられる結合剤は、絶縁性樹脂なら特に限定されるこ とはなく、例えばポリカーボネート、ポリアリレート、 ポリエステル、ポリアミド等の縮合系重合体;ポリエチ レン、ポリスチレン、スチレンーアクリル共重合体;ポ リアクリレート、ポリメタクリレート、ポリビニルブチ ラール、ポリアクリロニトリル、ポリアクリルアミド、 アクリロニトリループタジエン共重合体、ポリ塩化ビニ ル、塩化ビニルー酢酸ビニル共重合体等の付加重合体; ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、シリコン樹脂等 が適宜用いられ、一種もしくは二種以上のものを混合し て用いることができる。上記結合剤の使用量は、本発明 にかかわるトリアリールアミン系化合物に対して 0.1万 至3重量比であり、好ましくは 0.1乃至2重量比であ る。結合剤の量がこれよりも大であると、電荷輸送層に おける電荷輸送材濃度が小さくなり、感度が悪くなる。

【0068】また本発明においては、必要に応じて前記の公知の電荷輸送材を組み合わせて用いることもできる。電荷輸送層の登工手段は特に限定されることはなく、例えばディップコーター、バーコーター、カレンダーコーター、グラビアコーター、スピンコーター等を適宜使用することができ、また、電着 登装することも可能である。このようにして形成された電荷輸送層の膜厚は10乃至50 μ m が好ましく、更に好ましくは10乃至30 μ m である。膜厚が50 μ m よりも大であると電荷の輸送により多くの時間を要するようになり、また電荷が捕獲される確率も大となり感度低下の原因となる。一方、10 μ m より小であると機械的強度が低下し、感光体の寿命が短いものとなり好ましくない。

【0069】以上の如くにして本発明にかかわるトリアリールアミン系化合物を電荷輸送層に含む電子写真感光体におい体を作製することができる。この電子写真感光体においては、電荷発生層と電荷輸送層の接着性は優れており、セロハンテープ剥離試験において、剥離することは全く無かった。また、さらに本発明においては、導電性支持体と電荷発生層の間に必要に応じて接着層、下引き層、バリヤー層等を設けることもできる。

【0070】こうして得られた電子写真感光体の使用に際しては、まず感光体表面をコロナ帯電器等により負に帯電せしめる。帯電後、露光されることにより電荷発生層内で電荷が発生し、正電荷が電荷輸送層内に注入さ

れ、これが電荷輸送層中を通って表面にまで輸送され、 表面の負電荷が中和される。一方、露光されなかった部 分には負電荷が残ることになる。正規現像の場合、正帯 電トナーが用いられ、この負電荷が残った部分にトナー が付着し現像されることになる。反転現像の場合には、 負帯電トナーが用いられ、電荷が中和された部分にトナ 一が付着し現像されることになる。本発明における電子 写真感光体はいずれの現像方法においても使用可能であ り、髙画質を与えることができる。また、繰り返し使用 時に電荷輸送材が結晶化することは全く無く、電荷発生 層と電荷輸送層が剥離することも認められない。更に残 留電位の上昇は全く観察されず、高感度、高耐久性を示 すことができる。また本発明においては、導電性支持体 上にまず電荷輸送層を設け、その上に電荷発生層を設け て電子写真感光体を作製することもできる。この場合に は、まず感光体表面を正に帯電せしめ、露光後、発生し た負電荷は感光体の表面電荷を中和し、正電荷は電荷輸 送層を通って導電性支持体に輸送されることになる。

[0071]

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を具体的に例示するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0072】合成例1

n-プチル 4-ジフェニルアミノフェニルアセテート (例 示化合物(10)) の合成

攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた 500ml 4 ツロフラスコにマグネシウム金属2.9 g(0.12 m ol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、4-ク ロロメチルトリフェニルアミン29.3g(0.1 mol) のジエ チルエーテル溶液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴 下したところでゆるやかに還流が始まった。還流させな がら、さらにジエチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下 終了後、さらに1時間還流を行った。以上のようにして 得られたグリニャール試薬溶液を室温にまで戻し、次に そこへ氷冷下、ドライアイス13gをゆっくり加えた。全 てのドライアイスを加えた後、反応混合物を2時間室温 で攪拌し反応を熟成した。その後、水100 mlを氷冷下滴 下し加水分解を行った。生じた塊を 0.1N塩酸溶液を加 えて溶解した。次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナ トリウム水溶液で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫 酸ナトリウムで乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを 留去し白色固体を得た。該白色固体をエタノールで再結 晶し、4ージフェニルアミノフェニル酢酸24.9g(収率) 81%)を得た。次に、この4-ジフェニルアミノフェニ ル酢酸24.9g (0.081mol) をnーブタノール500 mlに加 熱溶解し、硫酸 2mlを加えて 5時間還流を行った。その 後、室温に戻し、反応混合物を水2リットルに注いだ。 得られた白色固体を濾過し、乾燥した。この白色固体を シリカゲルカラムにより精製し、目的物であるnーブチ

ル 4 - ジフェニルアミノフェニルアセテートを21.5g(74%) 得た。

[0073]

Rf=0.6 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/3)

融点:124.2 ~125.1 ℃

合成例 2

トリアリールアミン系化合物 (例示化合物(64)) の合成 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた 500 ml 4 ツロフラスコにマグネシウム金属2.9 g(0.12) mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビス [4-(クロロメチルフェニル)フェニル]-p-フェ ニレンジアミン50.9g(0.1 mol) のジエチルエーテル溶 液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところで ゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジ エチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに 1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニ ャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、 ドライアイス13gをゆっくり加えた。全てのドライアイ スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を 行った。生じた塊を0.1N塩酸溶液を加えて溶解した。 次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水溶液 で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウムで 乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色固体 を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビスカル ボン酸誘導体42.2g(収率83%)を得た。次に、このビ スカルボン酸誘導体42.2g (0.083mol) をnープタノー ル500 mlに加熱溶解し、硫酸 2mlを加えて 5 時間還流を 行った。その後、室温に戻し、反応混合物を水2リット ルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾燥した。こ の白色固体をシリカゲルカラムにより精製し、目的物で あるトリアリールアミン系化合物(例示化合物(64))を 48.3g(91%)得た。

[0074]

Rf=0.7 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/3)

融点:128.8 ~129.6 ℃

合成例3

トリアリールアミン系化合物 (例示化合物(102))の合成 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた 500 ml 4 ツロフラスコにマグネシウム金属2.9 g (0.12 mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビスー4,4'ー〔(pークロロメチルフェニル)フェニルアミノ〕ビフェニル58.5 g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところでゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジエチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、

ドライアイス13gをゆっくり加えた。全てのドライアイ スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を 行った。生じた塊をO.1N塩酸溶液を加えて溶解し た。次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水 溶液で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウ ムで乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色 固体を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビス カルボン酸誘導体 4 8 . 6 g (収率76%) を得た。次 に、このビスカルボン酸誘導体48.6g (0.076mol) を n ーブタノール500 mlに加熱溶解し、硫酸 2 mlを加えて 5 時間還流を行った。その後、室温に戻し、反応混合物を 水2リットルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾 燥した。この白色固体をシリカゲルカラムにより精製 し、目的物であるトリアリールアミン系化合物(例示化 合物(102))を44.1g(81%)得た。

[0075]

Rf = 0.5 (酢酸エチル/n - 4+サン=1/2)

融点:145.2 ~146.6 ℃

合成例4

トリアリールアミン系化合物 (例示化合物(216))の合成 攪拌装置、冷却管、窒素導入管、滴下漏斗を備えつけた 500 ml 4 ツロフラスコにマグネシウム金属2.9 g(0.12) mol)を入れ、窒素置換を行った。ついで乾燥ジエチルエ ーテル300 mlを入れ、攪拌を開始した。そこへ、ビスー 4,4'- [(p-クロロメチルフェニル)フェニルアミ ノ] スチルベン61.1g (0.1 mol) のジエチルエーテル溶 液100 mlをゆっくり滴下した。約10ml滴下したところで ゆるやかに還流が始まった。還流させながら、さらにジ エチルエーテル溶液の滴下を続け、滴下終了後、さらに 1時間還流を行った。以上のようにして得られたグリニ ャール試薬溶液を室温にまで戻し、次にそこへ氷冷下、 ドライアイス13gをゆっくり加えた。全てのドライアイ スを加えた後、反応混合物を2時間室温で攪拌し反応を 熟成した。その後、水100mlを氷冷下滴下し加水分解を 行った。生じた塊を0.1N塩酸溶液を加えて溶解した。 次にエーテル層を抽出し飽和炭酸水素ナトリウム水溶液 で2回、水で2回洗浄し、次いで無水硫酸ナトリウムで 乾燥した。乾燥後、ジエチルエーテルを留去し白色固体 を得た。該白色固体をエタノールで再結晶し、ビスカル ボン酸誘導体46.6g(収率74%)を得た。次に、このビ スカルボン酸誘導体46.6g (0.074mol) を n ープタノー ル500 m1に加熱溶解し、硫酸2m1を加えて5時 間還流を行った。その後、室温に戻し、反応混合物を水 2リットルに注いだ。得られた白色固体を濾過し、乾燥 した。この白色固体をシリカゲルカラムにより精製し、 目的物であるトリアリールアミン系化合物(例示化合物 (216))を45.6g(83%)得た。

[0076]

Rf=0.5 (酢酸エチル/n-ヘキサン=1/2)

融点:165.9 ~166.3 ℃

実施例1

X型無金属フタロシアニン5g、ブチラール樹脂(エスレックBM-2、積水化学(株)製)5gをシクロヘキサノン90mlに溶解し、ボールミル中で24時間混練した。得られた分散液をアルミ板上にバーコーターにて乾燥後の膜厚が 0.15μ mになるように塗布し、乾燥させ、電荷発生層を形成した。次に合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物(例示化合物(10))5g、ポリカーボネート樹脂(レキサン 131-111、エンジニアリングプラスチックス(株)製)5gをジオキサン90mlに溶解し、これを先に形成した電荷発生層上にブレードコーターにて乾燥後の膜厚が 25μ m になるように塗布して乾燥をきせ、電荷輸送層を形成した。

【0077】このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に全く同様の方法で作製した電子写真感光体を(株)川口電気製作所製、静電複写紙試験装置EPA-8100を用いて、

-5.5k Vのコロナ電圧で帯電させたところ、初期表面電位 V_0 は -760 Vであった。暗所にて 2 秒放置後の表面電位 V_2 は -740 Vとなった。次いで発振波長 790 nmの半導体レーザーを照射し、半減露光量 $E_{1/2}$ を求めたところ、 0.33μ J/cm²であり、残留電位 V_R は -0.3 Vであった。次に、5000回上記操作を繰り返した後、 V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R を測定したところ、それぞれ -750 V、-730 V、 0.33μ J/cm²、-1.3 Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体の性能は殆ど衰えておらず、高い耐久性を示すことがわかった。

【0078】実施例2~10

電荷輸送材として、それぞれ表1に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製 し、性能評価を行った。その結果を表1に示したが、実 施例1と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試験に おいても全く剥がれることはなかった。

[0079]

【表1】

		ではみずけ		感	光体	特 性	
		電荷輸送材		V ₀ (V)	V ₂ (V)	$E_{1/2}$ (μ J/cm ²)	V _R (V)
	2	(6)	初回	-750	-740	0. 31	-0.5
		(U) 	5000回後	-750	-730	0. 31	-0.8
	3	(9)	初回	-760	-750	0. 32	-0.1
	٥	(9)	5000回後	-750	740	0, 33	-1.1
実	4	(19)	初回	-750	-730	0. 32	-0.6
天	4	(12)	5000回後	-740	720	0, 32	-1.3
	5	(10)	初回	-740	-730	0. 31	-0.2
	J	(18)	5000回後	-730	-720	0. 32	-0.9
tat.	6	(91)	初回	−750	-740	0, 30	0
施	O	(21)	5000回後	-740	-730	0. 31	-0.3
	7	(97\	初回	-760	-750	0. 32	-0.2
		(27)	5000回後	-750	-740	0. 32	-0.7
	8	(30)	初回	-740	-730	0. 30	-0.1
例	0	(30)	5000回後	-740	-720	0. 30	-0.3
	9	0 (20)	初回	-750	-740	0. 34	-0.4
	3	(32)	5000回後	-740	-720	0. 34	-1.0
	10	(41)	初回	-740	-730	0. 29	0
	10	(41)	5000回後	-730	-710	0. 30	-0.3

【0080】実施例11

実施例 1 において、X型無金属フタロシアニンの代わりに下記式(234) に示すジプロモアントアントロンを電荷発生材として用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、また照射光源として790 nmの半導体レーザーの代わりに照度 5 luxのハロゲンランプを用いる以外は全く同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ-730 V、-710 V、1.2

【0082】実施例12~18

電荷輸送材として、それぞれ表2に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例11と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表2に示したが、 $lux \cdot sec$ 、-0.5Vであり、5000回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ-720 V、-700V、1.2 $lux \cdot s$ ec 、-0.9Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

【0081】 【化57】

(234)

実施例11と同様の結果であった。

[0083]

【表2】

		皇来やホヤ		感	光体	特性	
		電荷輸送材		(V ₀)	(V)	$\frac{E_{1/2}}{(lux \cdot sec)}$	(V)
	12	(7)	初回	-740	-730	1. 2	-0.3
	12	(7)	5000回後	-730	-720	1. 2	-1.0
実	13	(0)	初回	-750	-740	1. 3	0
天	10	(9)	5000回後	-740	-720	1. 3	-0.5
	14	(10)	初回	-740	-720	1. 1	-0. 1
	1.4	(13)	5000回後	-730	-710	1. 2	-0.8
施	15	(15)	初回	-750	-740	1. 2	0
I ITE	10	(13)	5000回後	 740	-720	1. 2	-0.3
	10	(22)	初回	-760	-750	1. 2	-0.4
	16	(22)	5000回後	-750	-730	1. 2	-1.2
<i>172</i> 11	17	(97)	初回	—770	—750	1. 4	-0. 7
例	17	(27)	5000回後	—770	-740	1. 4	-1.6
	10	(49)	初回	— 720	-700	1. 1	0
	18		5000回後	-720	−700	1. 2	-0.8

【0084】比較例1

実施例1において、化合物(10)で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式(235)で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製した。しかし、1日25℃暗所にて保存したところトリアリールアミン系化合物の結晶が析出してきた。このものを用いて実施例1と同様の方法で性能評価を行った。−5.5kVのコロナ電圧で帯電させたところ、

初期の表面電位 V_0 は-770 Vであった。暗所にて2 秒 放置後の表面電位 V_2 は-760 Vとなった。次いで、発 振波長790 nmの半導体レーザーを照射し、半減露光量E $_{1/2}$ を求めたところ、 $0.43\,\mu\,\mathrm{J/cm^2}$ であり、残留電位 V_R は-56.8 Vであった。次に5000回上記操作を繰り返した後、 V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R を測定したところ、それぞれ-770 V 、-750 V 、 $0.67\,\mu\,\mathrm{J/cm^2}$ 、-120.3 V で あり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0086】実施例19

合成例 1 により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例 2 で得られたトリアリールアミン系化合物 (例示化合物 (64)) を用いる以外は実施例 1 と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例 1 と同様に性能評価を行った結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー720 V、-710 V、 0.28μ J/cm^2 、-0.2 V であり、5000回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー710 V、-700 V、 0.28μ J/cm^2 、-0.7 V であった。また感光体の作

(235)

製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。 従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性 を示すことがわかった。

【0087】実施例20~28

電荷輸送材として、それぞれ表3に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例19と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表3に示したが、 実施例19と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試 験においても全く剥がれることはなかった。

【0088】 【表3】

		電荷輸送材		感	光体	诗 性	
		电钙制达的		(V)	(V)	$(\mu J/cm^2)$	(V_R)
	00	(45)	初回	-730	-710	0. 26	0
	20	(45)	5000回後	-730	-700	0. 26	-0.3
	0.1	(40)	初回	-740	-730	0. 25	-0. 1
	21	(48)	5000回後	-730	-710	0, 25	-0.5
4	99	(59)	初回	-710	-690	0. 23	0
実	22	(53)	5000回後	-700	-690	0. 24	-0.4
	23	(EC)	初回	-730	-720	0, 25	-0, 5
	20	(56)	5000回後	—730	-710	0. 25	-1.0
施	24	(eo\	初回	-720	-700	0. 24	-0.3
<i>1</i> (U	24	4 (62)	5000回後	-720	-690	0, 24	-1.0
	25	(CA)	初回	-730	-720	0. 25	-0.7
	ZÜ	(64)	5000回後	-720	-700	0, 25	-1.3
例	26	(69)	初回	-700	-690	0. 26	-0. 1
ניס	20	(69)	5000回後	-690	-670	0. 26	-0.7
	27	<i>(7</i> 2)	初回	-730	-710	0. 24	-0.3
	21	(73)	5000回後	-720	-700	0, 25	-1.2
	28	(78)	初回	-720	-710	0. 25	-0.4
	20	(10/	5000回後	-710	-690	0. 26	-0.9

【0089】実施例29

合成例 1 により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例 2 で得られたトリアリールアミン系化合物 (例示化合物 (64)) を用いる以外は実施例 1 1 と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー760 V、-750 V、1.1 lux・sec 、-0.3 V であり、50 00回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー740 V、-730 V、1.1 lux・sec 、-0.7 V であり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めな

かった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

【0090】実施例30~36

電荷輸送材として、それぞれ表4に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例29と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表4に示したが、 実施例29と同様の結果であった。

[0091]

【表4】

		電告於光升		威	光体	特性	
		電荷輸送材		(V)	(V)	E 1/2 (lux · sec)	V _R (V)
	90	(44)	初回	-700	-690	1. 0	-0.3
	30	(44)	5000回後	-690	-680	1.0	-1. 1
_	ก า	/EO\	初回	-730	-710	1. 1	-0.4
実	31	(52)	5000回後	-720	-700	1. 1	-0.8
	70	(57)	初回	-720	-700	1. 0	-0.2
	32	(57)	5000回後	-710	-690	1. 1	-1.0
施	96	(63)	初回	-740	-720	1. 1	-0.3
our	33	(60)	5000回後	-730	-720	1.1	-0.8
	34	(66)	初回	-720	-700	1.0	-0.2
	34	(00)	5000回後	-710	-690	1. 1	-0.8
(7)	35	(75)	初回	-760	-750	1.3	-0.9
ניס	ออ	(75)	5000回後	-750	-740	1.4	-1.8
	36	(70)	初回	-730	-720	0.9	0
較例		6 (79)	5000回後	-720	-700	0.9 $0.38 \mu \text{ J/cm}^2$	-0.3

【0092】比較例2

実施例 19において、化合物 (64) で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式 (236) で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ -760

後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー750 V、-740 V、0.64 μ J/cm² 、-81.6 V であり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0093】 【化59】

$$\begin{array}{c|c} & & & \\ \hline \bigcirc & & \\ \hline \end{array}$$

【0094】実施例37

合成例1により得られたトリアリールアミン系化合物の 代わりに合成例3で得られたトリアリールアミン系化合 H3 物 (例示化合物(102))を用いる以外は実施例1と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS Z 1522に準じてセロハンテープ

剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例1と同様に性能評価を行った結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ-700 V、-69 0 V、 0.25μ J/cm^2 、-0.1 Vであり、5000回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ-690 V、-680 V、 0.25μ J/cm^2 、-0.3 Vであった。また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すことがわかった。

【0095】実施例38~46

電荷輸送材として、それぞれ表 5 に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例 3 7 と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表 5 に示したが、 実施例 3 7 と同様の結果であり、セロハンテープ剥離試 験においても全く剥がれることはなかった。

[0096]

【表5】

		電子科·		感	光体	特 性	
		電荷輸送材		(V)	(V)	$(\mu J/cm^2)$	V _R (V)
	70	(nn)	初回	-690	-680	0. 24	0
	38	(82)	5000回後	-680	-670	0. 25	-0.2
	90	(00)	初回	-700	-690	0. 25	-0. 1
	39	(86)	5000回後	-690	-680	0. 25	-0. 5
di	40	(01)	初回	-680	-660	0. 25	0
実	40	(91)	5000回後	-670	-660	0. 25	-0.3
	41	(94)	初回	-700	-690	0. 25	-0. 1
	41	(34)	5000回後	-690	-680	0. 25	-0. 5
施	42	(101)	初回	—720	-710	0. 24	-0.3
<i>1</i> 713	42	(101)	5000回後	-720	-700	0. 25	-0.6
	43	(104)	初回	700	-680	0. 23	-0.1
	40	(104)	5000回後	-690	-670	0. 23	-0.5
例	44	(108)	初回	-720	-710	0. 2 5	-0.3
נים	44	(100)	5000回後	-710	-690	0, 25	-1.0
	45	(113)	初回	-730	-720	0. 28	-0.6
	4J	(110)	5000回後	-720	-710	0, 28	-1.8
	46	(119)	初回	-700	-690	0. 23	0
	-10	6 (119)	5000回後	-690	-670	0. 23	-0.2

【0097】実施例47

合成例 1 により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例 3 で得られたトリアリールアミン系化合物 (例示化合物 (102)) を用いる以外は実施例 1 1 と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー700 V、-680 V、1.0 lux・sec 、-0.3 V であり、5000回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー690 V、-670 V、1.0 lux・sec 、-0.8 V であり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認

めなかった。従って、感光体としての性能は優れてお り、高い耐久性を示すことがわかった。

【0098】実施例48~54

電荷輸送材として、それぞれ表6に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例47と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表6に示したが、 実施例47と同様の結果であった。

[0099]

【表6】

		65-444V.X-1-1		感	感 光 体 特 性			
	•	電荷輸送材		У _е (V)	(V ₂)	$E_{1/2}$ (lux • sec)	(V _R)	
	40	(09)	初回	-730	-720	1, 0	0	
	48	(83)	5000回後	-720	-710	. 1.1	-0. 7	
	49	/oc\	初回	-740	-730	1, 1	-0.2	
実	49	(86)	5000回後	-730	-720	1. 1	-0.9	
	50	(02)	初回	-750	-740	1.0	-0. 2	
	00	(92)	5000回後	- 740	-730	1. 1	-1.0	
146	£1 :	(ne)	初回	-730	-720	1. 0	-0.3	
施	51	(96)	5000回後	-720	-700	1. 0	-0.7	
	בח	/101\	初回	-720	-690	0. 9	0	
	52	(101)	5000回後	-720	-670	1.0	-0.8	
/7-h	E 9	/105\	初回	-710	-700	1. 0	-0. 5	
例	53	(105)	5000回後	-710	-690	1. 0	-1.0	
	5.4	/110\	初回	-730	-720	1. 1	-0.6	
	54	54 (110)	5000回後	-720	-710	1. 1	-0.9	

【0100】比較例3

実施例 3 7において、化合物 (102) で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式 (237) で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_o 、 V_a 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー69

 $0\ V$ 、 $-670\ V$ 、 0.30μ J/cm² 、-42.3 V であり、5000 回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ $-680\ V$ 、 $-670\ V$ 、 0.31μ J/cm² 、-93.6 V であり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0101】 【化60】

【0102】実施例55

合成例 1 により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例 4 で得られたトリアリールアミン系化合物 (例示化合物 (216)) を用いる以外は実施例 1 と同様にして感光体を作製した。このようにして作製した電子写真感光体について、JIS 2 1522に準じてセロハンテープ剥離試験を行ったところ、全く剥がれることはなかった。次に実施例 1 と同様に性能評価を行った結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー770V、ー760V、0. $20 \mu \, \text{J/cm}^2$ 、 V_R はそれぞれー760V、 V_R はそれぞれー760V0. 20V0. 20V0. 3 V0. 3 V0 の であった。また感光体の作製後、試

験の終了まで結晶の析出を全く認めなかった。従って、 感光体としての性能は優れており、高い耐久性を示すこ とがわかった。

【0103】実施例56~71

電荷輸送材として、それぞれ表7及び表8に示した化合物番号のものを用いる以外は実施例55と同様にして感光体を作製し、性能評価を行った。その結果を表7及び表8に示したが、実施例55と同様の結果であり、セロハンテープ剝離試験においても全く剥がれることはなかった。

[0104]

【表7】

	電荷輸送材			感	光体	片 性	
		电何物还的		V _o (V)	(V)	$\frac{\mathrm{E}}{\mu\mathrm{J/cm^2}}$	V _R (V)
	E O	(101)	初回	-770	-760	0. 30	-0.1
	56	(121)	5000回後	-760	-750	0. 30	-0.9
	57	(120)	初回	-780	-760	0. 32	-0. 3
	57	(132)	5000回後	-770	—750	0. 32	-0.9
ct=	50	(120)	初回	-760	-750	0.31	-0. 3
実	58	(139)	5000回後	-750	-740	0. 32	-1.0
	בח	(144)	初回	-750	-730	0.31	-0.4
	59	(144)	5000回後	-740	-720	0.31	-1.2
ibás	cn	(145)	初回	-740	-730	0, 29	-0.1
施	60	(145)	5000回後	-730	-720	0.30	-0.8
	C1	/1E1 \	初回	-730	-720	0. 28	-0.3
	61	(151)	5000回後	-720	-710	0. 29	-1.0
<i>t</i> ra1	29	/3 E A \	初回	-750	—730	0. 28	-0. 5
例	62	(154)	5000回後	-740	-730	0. 28	-1.3
	ÇĐ	(161)	初回	-720	-710	0. 27	0
	63	(161)	5000回後	-710	—700	0. 28	-0.5
	CA	(107)	初回	-730	-710	0. 26	0
	64	(167)	5000回後	-720	-710	0. 27	-0.6

[0105]

【表8】

	W-1	会 计		感	感 光 体 特 性			
		電荷輸送材		(V)	(V)	$(\mu J/cm^2)$	V _P (V)	
	V.E	(450)	初回	-760	-750	0. 26	-0. 3	
	65	(172)	5000回後	-750	-740	0. 27	-1.2	
	66	(100)	初回	-750	-740	0. 27	-0.1	
実	00	(189)	5000回後	—740	-730	0. 28	-0.9	
	67	(100)	初回	-760	-750	0, 28	-0. 3	
	01	(192)	5000回後	-750	-730	0, 28	-1.2	
施	68	(197)	初回	-730	-710	0. 21	0	
8703	00	(191)	5000回後	720	-690	0. 2 1	-0. 3	
	69	(200)	初回	-720	-700	0, 20	-0.1	
	09	(208)	5000回後	-710	-690	0. 20	-0.5	
例	70	(01E)	初回	-730	-720	0, 21	-0.6	
	70	(215)	5000回後	-730	-700	0. 22	-1.0	
	71	(200)	初回	-710	690	0. 19	-0.1	
	71	71 (220)	5000回後	-700	-690	0. 20	-0.3	

【0106】実施例72

合成例 1 により得られたトリアリールアミン系化合物の代わりに合成例 4 で得られたトリアリールアミン系化合物 (例示化合物 (216))を用いる以外は実施例 1 1 と同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー760 V、-740 V、0.9 1ux・sec 、-0.3Vであり、5000回後の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれー750 V、-720V、0.9 1ux・sec 、-0.8Vであり、また感光体の作製後、試験の終了まで結晶の析出を全く認

めなかった。従って、感光体としての性能は優れてお り、高い耐久性を示すことがわかった。

【0107】実施例73~80

電荷輸送材として、それぞれ表9に示した化合物番号の ものを用いる以外は実施例72と同様にして感光体を作 製し、性能評価を行った。その結果を表9に示したが、 実施例72と同様の結果であった。

[0108]

【表9】

		59-11-44 'V-1-1		感	感 光 体 特 性			
		電荷輸送材		V ₀ (V)	(V ₂)	E _{1/2} (lux · sec)	(V)	
	79	(194)	初回	—750	-730	1. 2	-0.3	
	73	(124)	5000回後	-740	-720	1. 2	-0. 8	
	74	(199)	初回	740	-730	1. 1	-0.5	
実	74	(133)	5000回後	-730	-710	1. 2	-1.4	
天 	75	(1.45)	初回	-720	-700	1. 2	-0.7	
	10	(145)	5000回後	710	-690	1. 2	-1.2	
	76	(100)	初回	-730	-710	1. 0	-0.2	
施	10	(162)	5000回後	-720	-700	1. 0	-0.8	
) UE	77	(183)	初回	-740	-710	1, 0	-0.1	
		(103)	5000回後	-730	-720	1.1	-0.8	
	78	(197)	初回	-720	-690	0.8	0	
例	10	(191)	5000回後	-710	-690	0. 9	-0.1	
ויש	79	(220)	初回	-720	-700	0.9	-0.3	
	19	(220)	5000回後	-710	-690	0.9	-0.8	
	80	(233)	初回	-720	-710	1. 0	-0.4	
	ου	(400)	5000回後	-720	-700	1.0	-0.9	

【0109】比較例4

実施例 5 5 において、化合物 (216) で表されるトリアリールアミン系化合物の代わりに下式 (238) で示されるトリアリールアミン系化合物を用いる以外は全く同様にして感光体を作製し、同様にして性能評価を行った。その結果、初期の V_0 、 V_2 、 $E_{1/2}$ 、 V_R はそれぞれ-67

0 V、-640 V、 0.39μ J/cm² 、-53.3 V であり、5000 回後の V₀ 、 V₂ 、 E_{1/2} 、 V_R はそれぞれ-570 V、-510 V、 0.52μ J/cm² 、-144.6 V であり、感光体の感度、耐久性ともに劣るものであった。

【0110】 【化61】

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:
☐ BLACK BORDERS
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER: _

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.